

дийная, материал- и трудозатратная пробоподготовка. Получение прямого аналитического сигнала от магнитной нанометки приведет к сокращению временных затрат и упрощению процедуры детектирования, а аминирование поверхности наночастиц позволит определять наличие в пробе грамположительных бактерий.

Целью настоящей работы является получение и исследование прямого электрохимического отклика от наночастиц $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2\text{-NH}_2$ для оценки перспективности их дальнейшего использования в качестве метки в электрохимическом иммуноанализе.

Наночастицы магнетита синтезировали методом соосаждения. Размеры наночастиц определяли методом электронной микроскопии. В 10 нм материале обнаружено 8,9 % наночастиц размером 50 нм и выше. Структуру полученных наночастиц подтверждали методом электронной дифракции. Аминирование поверхности проводили с использованием 3-аминопропилтриэтоксисилана в щелочной среде. Состав модифицированных наночастиц исследовали методом ИК-спектроскопии. Прямой аналитический сигнал от наночастиц получали в растворе ацетонитрила. Использование водных растворов фонового электролита в данном случае нецелесообразно вследствие мешающего влияния процессов разряда-ионизации воды. В результате проведенных экспериментов были выбраны оптимальные условия регистрации электрохимического отклика от наночастиц $\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-SiO}_2\text{-NH}_2$ и получена градуировочная зависимость величины аналитического сигнала от концентрации наночастиц в модифицирующей суспензии.

СИНТЕЗ, ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК И АТТЕСТАЦИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ НА ОСНОВЕ ОКСИДОВ ТИТАНА И КРЕМНИЯ

Корюкова В.А.⁽¹⁾, Собина Е.П.^(1,2), Неудачина Л.К.⁽¹⁾

⁽¹⁾ Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

⁽²⁾ Уральский научно-исследовательский институт метрологии
620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, д. 4

В рамках создания стандартных образцов сорбционных свойств на основе титана и кремния был проведен синтез диоксида титана и диоксида кремния методом темплатного синтеза, позволяющим получать высокопористые твердые вещества и материалы с контролируемыми величинами удельной поверхности, удельного объема и размер пор.

Выше перечисленные характеристики определяют эффективность твердых веществ и материалов непосредственно при применении в условиях лабораторного или промышленного процессов.

Целью синтеза являлось создание стандартных образцов с узким распределением пор по размерам и воспроизводимой величиной удельной поверхности, значение которой лежит для диоксида титана в пределах от 100 до 300 м²/г; для диоксида кремния от 250 до 500 м²/г. В процессе синтеза диоксида титана и диоксида кремния исследовалось влияние на сорбционные характеристики условий синтеза. При синтезе диоксида титана в качестве темплатов были применены катионный и анионный ПАВ: цетилтриметиламмония бромид и додецил сульфат натрия. При синтезе диоксида кремния в качестве темплата применялся высокомолекулярный полиэтиленмин.

Исследована зависимость удельной поверхности от температуры и времени отжига пористого диоксида титана. Показано, что величина удельной поверхности существенно зависит от температуры и продолжительности процесса гидролиза при синтезе образца. Результаты исследования образцов пористого диоксида титана на эталонной установке низкотемпературной сорбции азота ASAP 2020 показали, что величина удельной поверхности уменьшается с ростом температуры и времени отжига. Значения удельной поверхности образцов диоксида титана лежат в широком диапазоне от 0,7 м²/г (непористые образцы) до 100 м²/г (мезопористые образцы). Данные электронной микроскопии показали, что образцы имеют сферическую морфологию с размерами частиц порядка 0,5 мкм, что коррелирует с данными газoadсорбционного метода анализа. Температура и время отжига, необходимые для синтеза мезопористого образца диоксида титана с развитой удельной поверхностью, составляют 700 °С и 5 часов соответственно.

Исследована структура и сорбционные характеристики пористого диоксида кремния. Показано, что при применении в качестве темплата полиэтиленмина образцы обладают величиной удельной поверхности порядка 250 м²/г, с широким распределением пор по размерам и малой агрегативной устойчивостью, что не является приемлемым для материала-кандидата в стандартные образцы. Поэтому планируется подбор и оптимизация условий синтеза высокопористого диоксида кремния с развитой удельной поверхностью, а также исследование его однородности и стабильности.

Синтезированный материал пористого диоксида титана с применением цетилтриметиламмония бромида в качестве темплата и величиной удельной поверхности 100 м²/г выбран в качестве материала стан-

дартного образца утвержденного типа сорбционных свойств диоксида титана.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КВЕРЦЕТИНА МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИИ РЕЗОНАНСНОГО РЭЛЕЕВСКОГО РАССЕЯНИЯ ПО РОСТУ КОЛЛОИДНЫХ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА

Усольцева Л.О., Самарина Т.О.

Московский государственный университет

119991, г. Москва, Ленинские горы, д. 1

Метод резонансного рэлеевского рассеяния (PPC) впервые был предложен, для изучения структуры и свойств ионных ассоциатов, полученных при самоорганизации соединений ряда порфиринов с ДНК. При этом наблюдался исключительно мощный сигнал рассеяния света при длине волны близкой к максимуму поглощения порфирина. На основе PPC предложен ряд методик для целей химического (следовые количества Se, Hg, Cd, As; фарм. препараты, ПАВ) и биохимического (ДНК, полисахариды) анализа. Интерес к PPC вызван несомненными достоинствами метода: чувствительностью (0.1-10 нг/л), селективностью, удобством и простотой проведения измерений (обычный спектрофлуориметр, съемка сигнала в синхронном режиме при $\Delta\lambda=0$).

Изначально, эффекты PPC изучались и использовались на системах аналитов и молекулярных красителей с высокими коэффициентами молярного поглощения (родаминовые красители, порфирины, хлорофиллы). Однако, в последнее время, все больше исследователей используют для создания аналитических систем наночастицы (НЧ) металлов, квантовые точки. НЧ золота и серебра, обладая эффектом плазмонного резонанса, могут давать рассеянный свет практически во всем видимом оптическом диапазоне за счет изменения размера НЧ, их состава, морфологии и структуры, они достаточно стабильны во времени.

Нами выбраны НЧ серебра для создания чувствительной и селективной методики определения кверцетина, основанной на росте предварительно полученных НЧ серебра, стабилизированных цитратом.

Экспериментально установлено, что для получения стабильного и интенсивного сигнала PPC, необходимы небольшие по размеру и достаточно узкораспределенные НЧ. Постановка методики синтеза НЧ включала в себя варьирование концентрации стабилизатора (цитрата натрия), нитрата серебра, восстановителя (боргидрида натрия). Лучшие результаты получены для системы: $c(\text{AgNO}_3)=2.5 \times 10^{-4}$ М, $c(\text{NaBH}_4)=3 \times 10^{-4}$ М, $c(\text{NaCit})=2.5 \times 10^{-4}$ М.